# COATING MATERIAL FOR OPTICAL GLASS FIBER

Patent Number:

JP59092948

Publication date:

1984-05-29

Inventor(s):

ISHIHARA HIROSHI; others: 05

Applicant(s)::

NIPPON DENSHIN DENWA KOSHA; others: 04

Requested Patent:

Г <sub>JP59092948</sub>

Application Number: JP19820204188 19821120

Priority Number(s):

IPC Classification:

C03C25/02; C03B37/12; C09D3/82; G02B5/14

EC Classification:

Equivalents:

JP1384441C, JP61052091B

#### **Abstract**

PURPOSE:A coating material consisting essentially of a resin having hydroxyl groups in the molecule and a siloxane intermediate condensate having silanol groups or methoxyl groups in the molecule without deteriorating the strength of optical fibers even under high humidity conditions.

CONSTITUTION: A coating material for optical fibers consisting essentially of a mixture or reaction product of a resin having hydroxyl groups in the molecule with a siloxane intermediate condensate having silanol groups or methoxyl groups in the molecule. The coating material is applied to the surfaces of the optical fibers, and the resin having the hydroxyl groups is reacted with the siloxane intermediate condensate to give improved adhesive property to the optical fibers which cannot be obtained by the above-mentioned resin alone. The resultant adhesive property will not be greatly deteriorated even on exposure to high humidity conditions.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

## (9) 日本国特許庁 (JP)

① 特許出願公開

# ⑩公開特許公報(A)

昭59-92948

<ul><li>⑤ Int. Cl.</li><li>C 03 C :</li><li>C 03 B :</li><li>C 09 D</li><li>C 02 B</li></ul>	25/02 37/12 -3/82	1 A A A A A A A A A A A A A A A A A A A	·内整理番号 8017—4G 6602—4G ·6516—4 J 0.7370—2H	発明の	昭和59年(198 数 1 求 有	34)5月2 (全 3	
G 02 B	5/14	(9)	1 7370—2H			(至 3	貝ノ

## **砂光学ガラスフアイバ用被覆材料**

願 昭57—204188

②出 願 昭57(1982)11月20日

⑩発 明 者 石原浩志

20特

茨城県那珂郡東海村大字白方字 白根162番地日本電信電話公社 茨城電気通信研究所内

仰発 明 者 根岸幸康

茨城県那珂郡東海村大字白方字 白根162番地日本電信電話公社 茨城電気通信研究所内

⑩発 明 者 小粥幹夫

70 発明 者 山西徹

横浜市戸塚区田谷町1番地住友 電気工業株式会社横浜製作所内

⑫発 明 者 小林俊明

佐倉市六崎1440番地藤倉電線株

式会社佐倉工場内

⑪出 願 人 日本電信電話公社

⑭代 理 人 弁理士 祢冝元邦夫

最終頁に続く

明 細 曹

1.発明の名称

光学ガラスファイバ用被覆材料

2.特許請求の範囲

(1) 分子内に水酸基を有する樹脂と分子内にシラノール基もしくはメトキシ基を有するシロキサン中間縮合物との混合物または反応生成物を主成分とした光学ガラスファイバ用被週材料。

3.発明の詳細な説明

ての発明は光伝送用の光学ガラスファイバを被 覆するための材料に関する。

光伝送に用いられる光学がラスファイバ(以下、単に光ファイバという)は、脆く、傷がつきやすい上に可とう性に乏しいので、このような傷が原因となつてわずかな外力によつても容易に破壊する。したがつて、従来より、光ファイバはガラス母材から紡糸した直後にその表面に樹脂被緩が施されている。このような樹脂被毀材料としては、エポキシ樹脂、ウレタン樹脂、シリコーン樹脂などが用いられているが、光ファイバとの密着性に

劣り、吸湿した場合光ファイバの強度を劣化させ る欠点がある。

この発明は、上記の問題点を解決するためになされたものであって、その要旨とするところは、分子内に水酸基を有する樹脂と分子内にシラノール基もしくはメトキシ基を有するシロキサン中間縮合物との混合物または反応生成物を主成分とした光学ガラスファイバ用被覆材料にある。

この発明において用いられる分子内に水酸塩を

有する樹脂としては、ポリエステル樹脂、アルキッド樹脂、エポキシ樹脂、アクリル樹脂、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、フェノール樹脂、カウェン樹脂、カース樹脂などの水酸素含有量が 0.1~10 質量 あとされた各種樹脂が広く包含される。これら樹脂のなかでもとくに好ましいものは、分子内に不飽和結合やエポキシ基などの水酸基以外の活性基を有して熱的にあるいは光や電子線の照射によつて硬化する性質を有するものである。

この発明において分子内にシラノールもしくはメトキシ基を有するシロキサン中間縮合物としては、上記官能基を少なくとも分子末端に有するものが好適であり、シロキサン単位の繰り返し数としては一般に3~100範囲にあるものが用いられる。この中間縮合物中に含まれるシラノール基としては5~6 駆慢%である。シラノール基とメトキシ基とは1分子内に共に含まれていてもよい。

ら開始剤は各樹脂に応じて用いられている従来公 知のものをいずれも適用できる。

また、熟的にあるいは光や電子線の照射によつて硬化させるタイプのものでは、モノアクリレート(メタクリレート)やポリアクリレート(メタクリレート)などの反応性希釈剤を併用することができる。また、必要に応じて分子内に水酸基を含まない各種の変性用樹脂や、硬化促進剤、有機ケイ繁化合物、界面活性剤などの各種添加剤を配合してもよい。

この発明の光ファイバ用被覆材料を用いて実際に光ファイバを被避するには、従来公知の方法に準じて行なえばよく、一般には紡糸工程に続く工程で光ファイバの表面にこの発明の被殺材料を変布し、さらに樹脂成分の種類に応じてその後加熱硬化させるかあるいは紫外線や電子線を照射して硬化させればよい。また、シロキサン中間縮合物と分子内に水酸基を有する樹脂とが未反応のした変素を後の加熱処理によって反応させ光ファイバに対する密着性の向上を図る。

この発明では、上記のシロキサン中間縮合物と分子内に水酸基を有する樹脂とをただ単に機械的 混合によつてコールドプレンドしたものであって 度下 もよいが、好適には予め120~180℃の温下 で加熱反応させておくのがよい。コールドプレンドの場合は、光ファイバに塗布したのちの加熱処理によつて水酸基とシラノール基ないしメトキシ 基との縮合反応を行なわせる。

阿者の併用割合は、シロキサン中間縮合物と分子内に水酸基を有する樹脂との合計量中に占めるシロキサン中間縮合物の含有量が1~50進量を、好適には3~30重量をである。この含有量が多くなりすぎると膜特性を低下させるおそれがあり、また逆に少なすぎては密着性の向上を図れない。

この発明の光ファイバ用被選材料は、本質的に 上述したシロキサン中間縮合物と分子内に水酸恐 を有する樹脂とからなるものであるが、これら成 分のほか、熱硬化タイプのものにあつては一般に 熱重合開始剤が、また光硬化タイプのものにあつ ては光腫合開始剤が、それぞれ用いられる。これ

以下に、この発明の実施例を記載する。以下に おいて部とあるは重量部を意味するものとする。

#### 実施例1

Epon1001(シェル石油社製の分子内に水酸基を有す を半間形状のエポキシ樹脂)50部、1・4ープタンジオールジグリシジルエーテル(希釈剤)45部、シラノール基としての水酸基含有量が5重量をであるシロキサン中間縮合物KR-212(信越シリコーン社製)5部を、120で2時間反応させた。この反応混合物100部に四フツ化ホウ業4ーメチルフェニルジアゾニウム塩(エポキシ用光重合開始剤)3部を溶解して、この発明の光ファイバ用被資材料を得た。

#### 突施例 2

有する樹脂としては、ポリエステル樹脂、アルキッド樹脂、エポキシ樹脂、アクリル樹脂、エポキシオ 樹脂、フェノール樹脂、フェノール樹脂、マニノール樹脂、カース樹脂などの水酸 郡広 合ったる。これら樹脂のなかでもとくに好ましいものは、分子内に不飽和結合やエポキシ甚などの水酸 基以外の活性 基を有して熟的によって硬化する性質を有するものである。

ての発明において分子内にシラノールもしくはメトキッ基を有するシロキサン中間縮合物としては、上記官能基を少なくとも分子末端に有するものが好適であり、シロキサン単位の繰り返し数としては一般に3~10の範囲にあるものが用いられる。この中間縮合物中に含まれるシラノール基とは13~2の追量等である。シラノール基とメトキシ基とは1分子内に共に含まれていてもよい。

ら開始剤は各樹脂に応じて用いられている従来公 知のものをいずれも適用できる。

また、熟的にあるいは光や遊子線の照射によつて硬化させるタイプのものでは、モノアクリレート(メタクリレート)やポリアクリレート(メタクリレート)などの反応性希釈剤を併用することができる。また、必要に応じて分子内に水酸基を含まない各種の変性用樹脂や、硬化促進剤、有機ケイ絮化合物、界面活性剤などの各種添加剤を配合してもよい。

この発明の光ファイバ用被型材料を用いて実際 に光ファイバを被避するには、従来公知の方法に 準じて行なえばよく、一般には紡糸工程に続く工程で光ファイバの表面にこの発明の被避材料を 然布し、さらに樹脂成分の種類に応じてその後加熱 硬化させるかあるいは紫外線や離子線を照射して 硬化させればよい。また、シロキサン中間縮合物 と分子内に水酸基を有する樹脂とが未反応のものでは、塗布後の加熱処理によつて反応させ光ファイバに対する密着性の向上を図る。

この発明では、上記のシロキサン中間縮合物と分子内に水酸基を有する樹脂とをただ単に機械的混合によつてコールドプレンドしたものであった。 はいが、好適には予め120~180℃の温へンで加熱反応させておくのがよい。コールドプレンドの場合は、光ファイバに塗布したのちの加熱の理によって水酸基とシラノール基ないしょトキシムとの縮合反応を行なわせる。

両者の併用割合は、シロキサン中間縮合物と分子内に水酸基を有する樹脂との合計量中に占めるシロキサン中間縮合物の含有量が1~50進間多、好適には3~30重量多である。この含有量が多くなりすぎると膜特性を低下させるおそれがあり、また逆に少なすぎては密着性の向上を図れない。

この発明の光ファイバ用被覆材料は、本質的に 上述したシロキサン中間縮合物と分子内に水酸器 を有する樹脂とからなるものであるが、これら成 分のほか、熱硬化タイプのものにあつては一般に 熱質合開始剤が、また光硬化タイプのものにあつ ては光質合開始剤が、それぞれ用いられる。これ

以下に、この発明の実施例を記載する。以下に おいて部とあるは**重量**部を意味するものとする。

実施例1

Epon1001(シェル石油社製の分子内に水酸器を有す 否半固形状のエポキシ樹脂)50部、1・4ープタンジオールジグリシジルエーテル(希釈剤)45部、シラノール器としての水酸器含有量が5重量をであるシロキサン中間縮合物KR-212(信越シリコーン社製)5部を、120で2時間反応させた。この反応混合物100部に四フツ化ホウ業4ーメチルフェニルジアゾニウム塩(エポキシ用光腹合開始剤)3部を溶解して、この発明の光ファイバ用被資材料を得た。

#### 突施例 2

ビスフェノール A ジグリンジルエーテルのアクリル酸付加生成物 7 0 部、ネオペンチルグリコールジアクリレート(希釈剤) 2 5 部、シラノール 基としての水酸基含有量が 6 重盗 5 であるシロキサン中間縮合物 K R - 2 1 6 (信越シリコーン社製) 5 部を、1 2 0 C で 3 時間反応させた。この

反応配合物100部にベンゾイソプチルエーテル 5部を溶解して、との発明の光ファイバ用被援材料を得た。

#### 突施例3

無水マレイン酸 4 9 9 ( 0.5 モル) とアジピン酸 ( 0.5 モル) と1・6ーへキサンジオール130 9 ( 1. 1 モル) とを190~210℃で15時間反応させて得たポリエステル90部に、メトキン基含有量が15 重量 9 であるシロキサン中間縮合物 K R - 218 (信越シリコーン社製)10部を加えて、150℃で2時間反応させた。この反応生成物70部、1・6ーへキサンジオールジアクリレート30部およびベンゾインインプチルエーテル5部を溶解して、この発明の光ファイバ用被殺材料を得た。

#### 比較例

ピスフェノールAジグリシジルエーテルのアクリル酸付加生成物70部、ネオペンチルグリコールジアクリレート30部およびペンゾインイソプチルエーテル5部を溶解して、光ファイバ用被変

て、実際に光ファイバ被覆試験を行なつた結果は、 下記のとおりであつた。

#### く被覆試験>

5 0 m/分の速度で紡糸した直径1 2 5 μm の 光ファイバの表面に紡糸工程に引き続く工程において、各材料を塗布したのち、紫外線(ランプ出力2 KW 2 燈)を照射して硬化させた。被復後の 光ファイバの外径はいずれも1 4 5 μm で、破断 強度はいずれも5 kpであつた。

つぎに、被覆ファイバを80℃の水中に168 時間浸漬させたのちの破断強度を調べたところ、 実施例1~3の材料ではいずれも5㎏と浸漬前と 変らなかつたが、比較例の材料では3㎏に低下し ていた。

特 許 出 顕 人 日本電信電話公社

(外4名)

代理人 弁理士 袮 宜元 邦

材料とした。

つぎに、上記実施例1~3 および比較例の各被 複材料の性能を調べた結果は、つぎの表に示され るとおりであつた。

		粘 展 (センチポイズ/25℃)	硬化速度1)~	密發性2)
	実施例1	1,500	5 0	100/100
	実施例 2	1,300	5 0	70/100
-	実施例3	800	5 0	80/100
-	比較例	i, 2 0 0	5 0	0/100

(注) 1) ガラス板上に $10\mu m$  厚で塗布したのち、 $80W/m \times 2$  燈の高圧水銀ランプで光硬化させたときの硬化速度である。

2)ガラス板上に10μm 厚で塗布し、コンベアスピード50m/分で硬化させ、ごばん目テープ剝離試験を行なつた。 表中、分母は試料個数、分子は残存偶数である。

また、前記各実施例および比較例の材料を用い

### 第1頁の続き

⑩発 明 者 吉原三男

茨木市下穂積1丁目1番2号日 東電気工業株式会社内

①出 願 人 古河電気工業株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目6 番1号

①出 願 人 住友電気工業株式会社 大阪市東区北浜5丁目15番地

砂出 願 人 藤倉電線株式会社 東京都江東区木場1丁目5番1 号

②出願人 日東電気工業株式会社 茨木市下穂積1丁目1番2号